

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **02-056805**

(43)Date of publication of application : **26.02.1990**

(51)Int.Cl.

H01B 1/12

C07C233/91

C07C311/48

H01M 6/18

// C08K 5/3445

C08K 5/42

C08L 71/02

C08L101/00

(21)Application number : **01-002145**

(71)Applicant : **AGENCE NTNL VALOR RECH**  
**<ANVAR>**  
**SOC NATL ELF AQUITAINE <SNEA>**

(22)Date of filing : **10.01.1989**

(72)Inventor : **ARMAND MICHEL  
MOURSLY FOUZIA EL KADIRI  
CHERKAoui**

(30)Priority

Priority number : **82 8209540**      Priority date : **01.06.1982**      Priority country : **FR**

**(54) IONIC COMPOUND MATERIAL HAVING TON CONDUCTIVITY**

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To produce a solid electrolytic substance for constituting a battery by using a specified ionic compound.

**CONSTITUTION:** This ionic compound has a formula  $(C_nX_{an+1}Y)_2N^-,M^+$  wherein X stands for a halogen; n for a number from 1 to 4; Y for CO group or SO<sub>2</sub> group; M for an alkali metal; the group X for chlorine, bromine, or iodine, preferably fluorine; and M for lithium or sodium. As a result an electrode for a battery can be produced.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A) 平2-56805

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)2月26日

H 01 B 1/12  
C 07 C 233/91  
311/48Z 7364-5G  
8519-4H  
6761-4H※

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 イオン性化合物を用いたイオン導電性を有する材料

⑯ 特 願 平1-2145

⑰ 出 願 昭58(1983)6月1日

⑱ 特 願 昭58-95891の分割

優先権主張 ⑲ 1982年6月1日 ⑳ フランス(FR) ㉑ 82 09540

⑳ 発 明 者 ミツシエル・アルマン フランス国、74000 アネシー、リュ・ガブリエル・フオーレ、10

㉒ 出 願 人 アジエンス・ナチオナレ・ドウ・パオリゼチオン・ドウ・ラ・レシエルシエ(アンパー  
ル)㉓ 代 理 人 弁理士 津 国 肇 外1名  
最終頁に続く

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

イオン性化合物を用いたイオン導電性を有する材料

## 2. 特許請求の範囲

(1) 単量体がイオン性化合物のカチオンと供与体-受容体型の結合を形成するのに適した少なくとも1つのヘテロ原子を含有するポリマーにより、少なくとも部分的に、形成される巨大分子材料中に、完全に溶解する

式:

(式中、Xはハロゲンであり、nは1から4までのいずれかの数であり、YはCO基又はSO<sub>2</sub>基であり、Mはアルカリ金属である)により示される1又は数種のイオン性化合物の溶解体により、少なくとも部分的に、構成される、電池の製造のためのイオン導電性を有する材料。

(2) 前記式中のXがフッ素である特許請求の範

囲第1項記載のイオン導電性を有する材料。

(3) イオン性化合物がアルカリ金属のビス(トリフルオロアセテリ)イミドである特許請求の範囲第1項記載のイオン導電性を有する材料。

(4) イオン性化合物がアルカリ金属のビス(トリフルオロメチルスルホニル)イミドである特許請求の範囲第1項記載のイオン導電性を有する材料。

(5) 前記式中のMがカリウム又はナトリウムである特許請求の範囲第1項記載のイオン導電性を有する材料。

(6) 前記式中のMがカルシウムである特許請求の範囲第1項記載のイオン導電性を有する材料。

(7) ヘテロ原子が酸素又は窒素である特許請求の範囲第1項～第6項のいずれか1項記載のイオン導電性を有する材料。

(8) 該巨大分子材料がポリエチレンオキシド又はポリプロピレンオキシドである特許請求の範囲第1項～第6項のいずれか1項記載のイオン導電性を有する材料。

## 特開平2-56805(2)

(9) 該巨大分子材の単量体単位に由来するヘテロ原子数の、該イオン性化合物のアルカリ金属原子数に対する比が、4及び30の間から成る特許請求の範囲第1項～第6項のいずれか1項記載のイオン導電性を有する材料。

(10) 該巨大分子材の単量体単位に由来するヘテロ原子数の、該イオン性化合物のアルカリ金属原子数に対する比が、4及び15の間から成る特許請求の範囲第1項～第6項のいずれか1項記載のイオン導電性を有する材料。

(11) ポリエチレンオキシド又はポリプロピレンオキシドの単量体単位に由来するヘテロ原子数の、該イオン性化合物のアルカリ金属原子数に対する比が、4及び30の間から成る特許請求の範囲第1項～第6項のいずれか1項記載のイオン導電性を有する材料。

(12) ポリエチレンオキシド又はポリプロピレンオキシドの単量体単位に由来するヘテロ原子数の、該イオン性化合物のアルカリ金属原子数に対する比が、4及び15の間から成る特許請求の範

囲第1項～第6項のいずれか1項記載のイオン導電性を有する材料。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は、新規な式 $M^+X^-$ を有するイオン性化合物を用いたイオン導電性を有する材料に関し、式中、 $M^+$ はアルカリ金属から導かれるカチオン又はアンモニウムイオンであり、 $X^-$ は遊離の挙動に類似した性質を有するアニオンである。本発明は更に詳しくは、このイオン性化合物のカチオンと供与体-受容体型結合を形成するのに適した少なくとも1つのヘテロ原子、特に、酸素又は窒素を含む1又は数種の単量体単位から導かれる1又は数種のホモポリマー及び/又はコポリマーより、少なくとも部分的に形成されている巨大分子材中に溶解されうるイオン性化合物を用いたイオン導電性を有する材料に関する。なお更に詳しくは、「電流発生用の電池及びその製造のための新規な材料」["Electrochemical generators for the production of current and novel materials for their manufacture."]と題名されたヨーロッパ

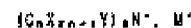
特許出願番号0013199号に記載されている材料のような、少なくともある種のプラスチック材に溶解されうる型のイオン性化合物を用いたイオン導電性を有する材料に関する。

本発明は又、このようにして得られ、かつ、上述のヨーロッパ特許出願に更に詳しく記載されているもののように、好ましくは再充電可能な電池の構成用の固体電解質の製造のために有用な、十分にカチオン性導電性を付与されたイオン性化合物自身の固体に関する。これらの固体は又、電池の電極を構成するのににも有用であり、この場合、これらの電極は、一方は、電極活性材料の集合生成物、必要な場合は、電子導電性に対し不溶性な化合物であり、また他方は上記固体からなる複数個の材料の集合生成物により構成される。

本発明による固体は、その相互溶解度特性が、好ましくは130℃を超えない温度で $10^{-10} \text{ ohm}^{-1} / \text{cm}^{-1}$ のカチオン性導電率を有する固体を十分に得られる限りにおいて、他のいかなる型の

プラスチック材を用いてもよいことは自明である。

本発明に用いるイオン性化合物は、式：



(式中、Xはハロゲンであり、nは1から4までのいずれかの数であり、YはCO基又はSO<sub>2</sub>基であり、Mはアルカリ金属である)により示される。

基Xは塩素、臭素及びヨウ素又は好ましくはフッ素である。

Mは、好ましくはリチウム又はナトリウムにより構成される。カリウムにより構成されてもよい。

得られる化合物は次のように命名される：

YがCO基より構成される場合は、-ビス-過ハロゲン化-アシル-イミド類及び基YがSO<sub>2</sub>基より構成される場合は、-ビス-過ハロゲン化-スルホニル-イミド類。

本発明に用いる化合物、特に、ビス-過ハロゲン化-アシル-イミド類を生成するためには、

## 特開平2-56805(3)

式： $(C_nX_{n-1}Y)_2O$ （式中、 $X$ 、 $n$ 及び $Y$ は上述の意味を有する）の無水物を、塩アルカリ金属、好ましくはカリウムのシアニドと反応させることより成る反応によるのが有利であり、この反応は、リチウム又はナトリウムのビスー過ハロゲン化アシルーイミド類（又はビスーハロゲン化スルホニルーイミド類）を得ることを所望する場合には、リチウム塩又はナトリウム塩を含む溶媒中でイオン交換反応により達成され、リチウム塩又はナトリウム塩のアニオンが、カリウム塩と、反応媒体に不溶な塩を生成するのに適しており、リチウムカチオン又はナトリウムカチオンを含有するイオン化合物が反応媒体より分離されるものである。

ビスー過ハロゲン化スルホニルーイミド類を生成するためには、式： $(C_nX_{n-1}SO_2)_2O$ （式中、 $X$ 及び $n$ は上述の意味を有する）の無水物を、好ましくは無溶媒で、相当する酸又は尿素と反応させることより成る方法によるのが有利であり、混合物は次に水溶液中に投棄される、後者を次にテ

トラアルキルアンモニウムハロゲン化物、特に、テトラブチルアンモニウム臭化物で処理すると、相当するテトラアルキルアンモニウムービスー過ハロゲン化スルホニルーイミドが沈殿する。先に得られた化合物及びアルカリ金属誘導体より成る試薬との間のイオン交換反応により、本発明による化合物が最終的に得られる。イオン交換は、特に、後に示す実施態様に説明するように、互いに不溶な溶媒系に、一方ではアルカリ金属のビスー過ハロゲン化スルホニルーイミドの、及び他方では上記のアルカリ金属試薬中で、上記アルカリアンモニウム基で置換することより成る誘導体の溶解度の差を利用することにより行ってもよい。

本発明に用いるイオン性化合物は、ポリプロピレンオキシドと極めて満足すべき相互溶解性を有し、 $R$ 基が短い炭化水素鎖より成る化合物でさえもポリエチレンオキシドと極めて満足すべき相互溶解性を有する。得られた固溶体は、好ましくは有充電性のある電池用の電解質材料として用いる

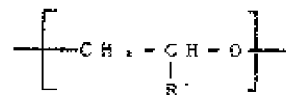
ことができるカチオン性導電性を有するが、この好ましい性質については後に述べる。

従って、本発明はイオン性導電性特に、このようにして得られたカチオン性導電性を有する新規材料に関し、更に詳しくは、その（ $1$ 又は数値の）単量体単位が、イオン性化合物のカチオンと供与体ー受容体型結合を形成するのに適した少なくとも一つのヘテロ原子、特に、酸素又は窒素を含有するポリマーにより少なくとも部分的に形成されている巨大分子材に完全に溶解する、少なくとも部分的に、 $1$ 又は数値の、前記イオン性化合物の固溶体により構成される新規なポリマー性固体電解質に関する。

該ポリマーの、 $1$ 又はそれ以上の単量体単位から導かれるヘテロ原子数の、該イオン性化合物のアルカリ金属原子数に対する比は、好ましくは、 $4$ 及び $30$ の間であり、特に、 $4$ 及び $16$ の間である。溶解したイオン性化合物の割合が、選択されたポリマー中でその溶解度濃度と両立しなければならぬことは自明である。

アルカリ金属は好ましくはリチウム又はナトリウムである。

本発明に用いるイオン性化合物を固溶化する、好ましいプラスチック材料は、次に示される単量体単位より導かれるホモポリマー及び／又はコポリマーである；すなわち、この単量体単位は、次式

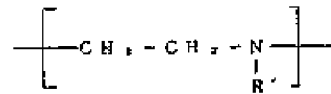


（式中、 $R^+$ は水素原子もしくは原子団  
 $R_1\text{---CH}_2\text{---O---R}_2\text{---CH}_2\text{---O---R}_3\text{---R}_4$ 、  
 $\text{---CH}_2\text{---N}^+(\text{CH}_3)_3$ （ $R_2$ は、アルキル基もしくはシクロアルキル基を表わし、具体的には炭素原子数 $1\sim16$ 、好ましくは炭素原子数 $1\sim5$ から成るアルキル基もしくはシクロアルキル基を表わし、 $R_3$ は一般式が $\text{---(CH}_2\text{---CH}_2\text{---O)}_p\text{---}$ のポリエーテル残基であって、 $p$ が $1\sim100$ の値、具体的には $1\sim2$ の値を有するものを表わす）のうちのいずれか一

## 特開平2-56805(4)

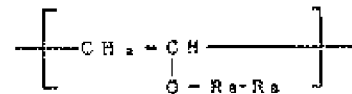
つの原子団を表わす。}

もしくは、次式



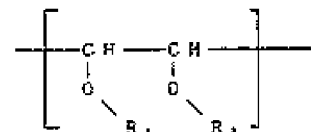
(式中、R' はRaもしくは-Ra-Ra(Ra及びRaはそれぞれ前記と同義である)を表わす。)

もしくは、次式



(式中、RaとRaはそれぞれ前記と同義である)

もしくは、次式



(式中、R<sub>1</sub>とR<sub>2</sub>は、それぞれ同一もしくは

化合物から成る固体電解質は、用いるイオン性化合物の金属に対応する金属イオンを与えるのに適した物質から成る負極、及び該金属原子を取り込むのに適した正極と組み合わせられる。例えば、負極には、合金、金属間化合物、侵入型化合物その他の化合物の形で、(イオン性化合物中の金属と)同一の金属を含有せしめることが出来る。正極としては、アルカリ金属が侵入することができる結晶構造を有する物質であるならば、いかなる物質でも用いることが出来る。例えば、アルカリ金属が該構造中に拡散することが出来るカルコゲナイトを挙げることが出来る。また、正極として通ずる材料の別の例として、上記ヨーロッパ特許出願を引用することが出来る。

また、正極もしくは負極を次のようにして得ることも出来る。例えば、正極は、(固体電解質を構成する巨大分子材と)同一の巨大分子材内に、正極活性物質とイオン性化合物とを含有した複合体を形成することによって得ることが出来る。また、この複合体には、電子伝導に不活性な化合物

は異なってもよく、各々は前記と同義のReもしくはRe-Ra基を表わす。またReは式 $\left[ \text{CH}_2 - \underset{\text{CH}_3}{\text{CH}} - \text{O} \right]_n$ のポリエーテルを表わすものであってもよい。}

のいずれかによって示される。

ポリマー性固体電解質は、アセトニトリルもしくはメタノール中に該重合体及びイオン性化合物を溶解させ、次いで、溶媒を除去することにより調製される。その際、イオン性化合物は、当然その含有率が溶解度の限界値より少なくなるような割合となるようにする。

また、上記方法に代えて、溶媒を用いない公知のいかなる方法を使用してもよい。例えば、溶媒された重合体中にイオン性化合物を溶解せしめてもよい。

本発明によって得られた固体電解質は一次電池及び二次電池の製造に特に有用であることが見出されている。

特に、前記のタイプの、溶媒化したイオン性化

が含有されていてもよい。また、用いるカチオン性化合物の選択を除けばヨーロッパ特許出願第0,013,199号に記載されている方法と同様の構成方法によって上記電極を構成せしめることが出来る。

これら固体電解質を用いて電池を構成した場合本発明に係る新規な固体電解質は、極すなわちイオン性化合物、のアニオンは用いられる電極材料のほとんどの成分に対して不活性であるという利点が見い出される。こうした特性を有するため、繰り返し使用サイクルが増大し、貯蔵安定性が増すことになる。また、化学的に不活性なため、このように構成された電池は極めて優れた耐熱衝撃性を示すことになる。

本発明に係るポリマー性固体電解質の他の特徴及び利点は下記の実施例から明らかになるであろう。これら実施例は本発明を限定するものと解してはならない。

これら実施例は、具体的には、本発明の特定のイオン性化合物の化学的及び/又は物理的性質を

## 特開平2-56805(5)

図示する。更に詳しくは、或る特定のイオン性化合物を用いて得られた、特定のプラスチック電解質について、その導電率が約  $1.0 \times 10^{-2} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$  となる温度 (°C) (この温度を  $T \times 10^{-2}$  と表わす) 及び約  $1.0 \times 10^{-2} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$  となる温度 (°C) (この温度を  $T \times 10^{-2}$  と表わす) の値を求め、本発明に係るプラスチック電解質の特性を評価した。

尚、これらの測定は、水分及び/又は溶媒の痕跡を除去するように、真空中で行った。

すべてのこれらの実施例において、巨大分子材質としては、場合に応じて分子量が 900、000 以上のポリエチレンオキシド (PEO) もしくはポリプロピレンオキシド (PPO) を用いた。このポリエチレンオキシドもしくはポリプロピレンオキシドの 1 g を、先ずアセトニトリル 15 ml 中に溶解し、次に、後述するイオン性化合物を添加して次表に示す O/M (O は巨大分子材中の酸素原子数、M はイオン性化合物中のアルカリ金属原子数を表わす。) の原子比に調整することによって、電解質溶液を得

た。

次に、得られた溶液をポリテトラフルオロエチレン支持体の上に、厚さが 5 mm となるようにキャストニングし、80°C で 3 時間加熱した。

導電率の測定は、シューラー (E. SCHOLLER) による J. Chim. Phys. 9, 1309/16 (1972) 及びラベイン (B. LAVALINE) による J. Chim. Phys. 5, 93-70 (1974) に記載されている方法に従って行った。

### 1) ビス(トリフルオロメチル)イミド類の製造

この誘導体化合物を製造するために用いられる反応は次のようである：

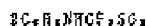


溶媒：アセトニトリル

温度：室温

カリウム塩のリチウム塩への転換は、水溶液中で、 $\text{LiCl}$  とのイオン交換により行う。

この化合物は、赤外線スペクトルにより特性を調べて同定されており、第 1 図に示されている：

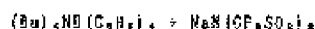
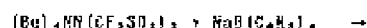


溶媒：ジクロロメタン

温度：室温

溶媒 ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ) を除去後、反応生成物を水に溶解する。この溶液にテトラブチルアンモニウム臭化物を添加すると  $(\text{Bu})_4\text{N}^+\text{N}(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2$  を沈殿させる結果となる。

次のイオン交換により、相当するナトリウム塩を得る：



溶媒：水 ( $\text{H}_2\text{O}$ ) 及びジクロロメタン ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ )

$\text{Na}^+$  及び  $(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}^-$  の親水性特性により、水相中での移動が可能となる。一方、親水性の  $(\text{Bu})_4\text{N}^+$  及び  $\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4^-$  は有機溶媒 ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ) により除去される。

第 2 図はナトリウム-ビス(トリフルオロメチルスルホニル)イミドの赤外線スペクトルを示す。800  $\text{cm}^{-1}$  付近の吸収ピークは、痕跡の  $\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4^-$  によるものと思われる。

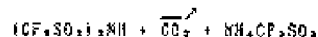
波長 (ミクロン) 又は波数 ( $\text{cm}^{-1}$ ) のいずれかの関数としての透光率の変化。800 ~ 600  $\text{cm}^{-1}$  範囲には、不純物又は  $\text{KOCN}$  残基 (図中では  $\text{K-N}$  と印されている) が観察される。

### 2) ビス(トリフルオロメチルスルホニル)

#### イミド類の製造

所望の化合物  $(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}$  を得るのに 2 つの反応が可能である。

#### 第 1 の反応

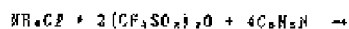


溶媒：なし

温度：室温

反応後得られた 2 つの生成物を、次に、水に溶解する：この溶液にテトラブチルアンモニウム臭化物を添加すると化合物  $(\text{Bu})_4\text{N}^+\text{N}(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2$  を沈殿させることができる。

#### 第 2 の反応



## 特開平2-56805(6)

次の表には、次の化合物について、表から又判明する相対原子比で、P O Eに溶解後得られた電気化学的データを示す。

イオン性化合物	固 分 子 材	O/M	T <sub>0</sub> 18 <sup>°</sup>	T <sub>0</sub> 10 <sup>°</sup>
K <sup>+</sup> N(CF <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> <sup>-</sup>	P O E	12	44	42.2
Li <sup>+</sup> N(CF <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> <sup>-</sup>	P O E	8	73.5	46.75
Li <sup>+</sup> N(CF <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> <sup>-</sup>	P O E	12	64.8	47.5
Na <sup>+</sup> N(CF <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> <sup>-</sup>	P O E	12	50.7	45.6

### 3) ビス(ペンタフルオロプロパノイル)イミド (n=2)の製造

標記化合物を1)の化合物と同様に市販のペンタフルオロプロピオン酸無水物から次の反応に従って製造した。



反応条件：化学量論的

室温

溶媒：アセトニトリル

繰返し単位のカチオンE O / Kに対する比

1)から製造されたポリマー性固体電解質は、35℃で $1.0 \times 10^{-11} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ 、71℃で $1.0 \times 10^{-11} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ のACインピーダンスによって測定されるイオン導電性を有していた。

### 5) ビス(ノナフルオロブタンスルホニル)イミド (n=4)の製造

市販のノナフルオロブタンスルホニルフルオリドを水酸化カルシウムの水性懸濁液で加水分解しカルシウム塩に交換し、不溶性のフッ化カルシウムを分離した。このカルシウム塩を過剰の無水炭酸で処理して酸である $C_4F_9SO_2H$ を減圧下に蒸留した。このようにして得られる前記酸のフラクションを五酸化リンで処理し、蒸留して無水物である $(C_4F_9SO_2)_2O$ を得た。

標記化合物を2)の化合物と同様に次の反応に従って製造した。



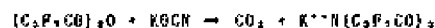
反応条件：化学量論的

過流温度

12:1に対応するアセトニトリル20ml中の前記塩347mg及び分子量 $4 \times 10^5$ ダルトンのポリエチレンオキシド328mgからポリマー性固体電解質を製造した。この溶液を、ガラス環ガードを付けたポリ(テトラフルオロエチレン)のプレート上に注ぎ、蒸発させた。このポリマー性コンプレックスは、45℃で $1.0 \times 10^{-11} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ 、65℃で $1.0 \times 10^{-11} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ のACインピーダンスによって測定されるイオン導電性を有していた。

### 4) ビス(ヘプタフルオロプロパノイル)イミド (n=3)の製造

標記化合物を1)の化合物と同様に市販のペフルオロ酸無水物から次の反応に従って製造した。



反応条件：化学量論的

室温

溶媒：アセトニトリル

前記塩及びポリプロピレンオキシド(分子量 $1.3 \times 10^4$ ダルトン及びP O / K = 12 :

無溶媒

該化合物を蒸留し、炭酸カリウム水溶液で処理すると、溶解性の低い $KN(C_4F_9SO_2)_2$ が沈殿し、これを分離した。

アセトン中の前記塩に化学量論量の塩化リチウムを加えることにより、塩化カリウムの沈殿と共にリチウム塩を製造した。3)と同様に、繰返し単位のカチオンE O / Liに対する比=8:1に対応する前記リチウム塩及び分子量 $4 \times 10^5$ ダルトンのポリエチレンオキシドからポリマー性固体電解質を製造した。ACインピーダンスによって測定されるイオン導電性は、30℃で $1.0 \times 10^{-11} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ 、85℃で $1.0 \times 10^{-11} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ であった。

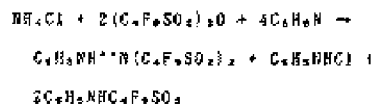
全ての固体電池は、リチウムアノード、厚さ50μmのポリマー性電解質及び複合陰極から構成され、複合材料中に二硫化チタン(50 V/V%)、ポリマー性電解質(43 V/V%)、100μmの層に形成されたアセチレンブラック(7 V/V%)を含む。このシステムは、100μA/cm<sup>2</sup>の持続電流を放つことができる。

## 特開平2-56805(7)

6) ビス(ノナフルオロブタンスルホニル)イミド (n=4) の製造

5) と同様にしてノナフルオロブタンスルホン酸無水物 ( $(C_9F_{19}SO_2)_2O$ ) を製造し、硫酸及び酸である  $C_9F_{19}SO_2H$  を減圧下に蒸留した。このようにして得られる前記酸のフラクションを五酸化リンで処理し、蒸留して無水物である  $(C_9F_{19}SO_2)_2O$  を得た。

橋配化合物を2) の化合物と同様に第三級塩基の存在下アンモニウム塩との反応によって製造した。



反応条件：化学量論的

-30℃～室温

溶媒→アセトニトリル

反応混合物を減過後蒸発させ、炭酸カリウム水溶液で処理すると、溶解性の低い  $KN(C_9F_{19}SO_2)_2$  が沈殿し、これを分離した。

電気化学的データについては、同一化合物についての5) を参照。

7) ビス(トリクロロアセチル)イミド (n=1; K=C1) の製造

橋配化合物を1) の化合物と同様に市販のトリクロロ酢酸無水物から次の反応に従って製造した。



反応条件：化学量論的

室温

溶媒→アセトニトリル

前記塩及び分子量  $4 \times 10^5$  ダルトンのポリエチレンオキシドからアセトニトリル中でポリマー性固体電解質を製造し、算出したところ繰返し単位のカチオンと  $O/K$  に対する比 = 1.2 : 1 に対応していた。このポリマー性コンプレックスは、5.2℃で  $1.0 \times 10^{-11} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ 、9.5℃で  $1.0 \times 10^{-11} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$  のイオン導電性を有していた。

これらの結果は、得られた固体の、極めて満足すべき導電性を証明しており、この固体を、

上に定義した型の電池の製造に有利に用いることができる。

## 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明に用いるイオン性化合物の一つであるリチウム-ビス(トリフルオロアセチル)イミドの赤外線吸収スペクトル図である。

第2図は、本発明に用いるイオン性化合物の一つであるナトリウム-ビス(トリフルオロメチルスルホニル)イミドの赤外線吸収スペクトル図である。



特開平2-56805 (8)

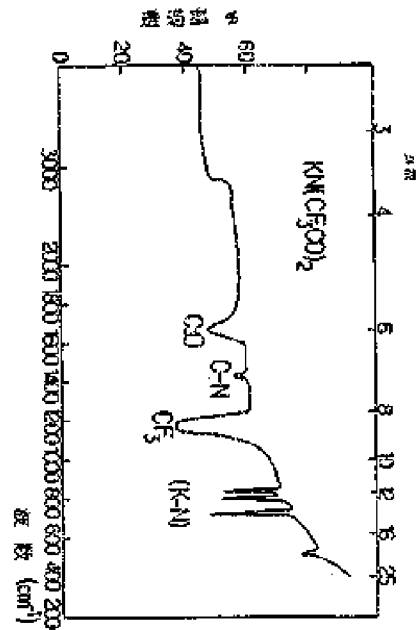


Fig. 1.

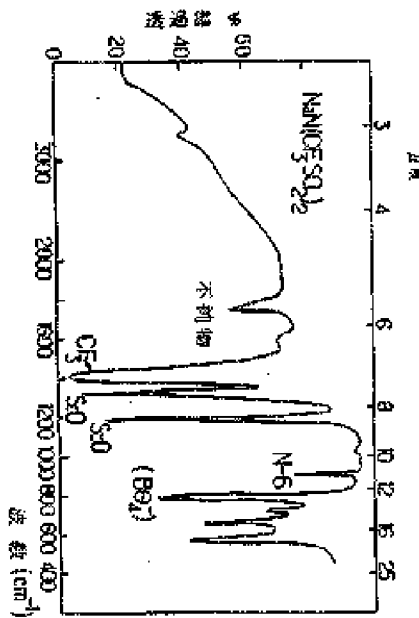


Fig. 2.

第1頁の続き

④Int.Cl. <sup>5</sup>				識別記号	庁内整理番号
H	01	M	6/18	C	7239-5H
#	C	08	K		6770-4J
			5/42		6770-4J
			71/02		6944-4J
C	08	L	101/00	LSY	8215-4J

⑤発明者 フージア・エル・カジ リ・シエルカオワイ・エル・ムールスリー モロッコ国、ベタナ・サレ、リュ・スマラ、ヴィラ・シエルカオワイ (番地なし)

⑦出願人 ソシエテ・ナチオナレ・エルフ・アキテーヌ フランス国、92400 クールベボア、ツール・アキテーヌ (番地なし)